|    |   | 潤滑油組     | 成     | <del></del> | 摩擦    | ·係数<br> | <b>摺動50</b> 回<br>後のマサツ | 耐圧荷重<br>100℃ |
|----|---|----------|-------|-------------|-------|---------|------------------------|--------------|
|    |   | 供試剂      | Ħ     | 配合量         | 20℃   | 100°C   | 係数(20℃)                | (kg)         |
|    | 1 | 製造例      | 1     | 100         | 0.06  | 0.07    | 0.09                   | 350          |
|    | 2 | 製造例      | 2     | 100         | 0.07  | 0.09    | 0.11                   | 320          |
|    | 3 | 製造例      | 3     | 100         | 0.08  | 0.08    | 0. 10                  | 330          |
| 本  | 4 | 製造例      | 4     | 100         | 0.08  | 0.10    | 0.11                   | 280          |
| 発  | 5 | 製造例      | 5     | 100         | 0.05  | 0.06    | 0.09                   | 330          |
| 明  | 6 | 製造例      | 6     | 100         | 0.06  | 0.07    | 0.09                   | 350          |
| 実  | 7 | 製造例      | 1     | 20          | 0.08  | 0.11    | 0.12                   | 250          |
| 施  |   | 小。一个坪    |       | 80          |       |         |                        |              |
| 91 | 8 | 製造例      | 5     | 30          | 0.09  | 0.10    | 0.14                   | 180          |
|    |   | マシン油     |       | 70          |       |         |                        |              |
|    | 9 | 製造例      | 2     | 35          | 0.08  | 0.10    | 0.12                   | 230          |
|    |   | トリメチロールブ | , ΠV, | 65          |       |         |                        |              |
|    |   | ントリオレエート |       |             |       |         |                        |              |
|    | 1 | 比較製造     | 例 1   | 100         | 0.11  | 0, 16   | 0. 19                  | 170          |
| 比  | 2 | 比較製造     | 例3    | 100         | 0.18  | 0.23    | 0. 27                  | 120          |
| 較  | 3 | パーム油     |       | 100         | 測定不可  | 0.18    | 0. 21                  | 130          |
| 例  | 4 | 比較製造     | 例4    | 100         | 0.11  | 0.14    | 0.18                   | 150          |
|    | 5 | マシン油     |       | 100         | 0. 18 | 0.25    | 0. 30                  | 100          |

## [0031]

[Effect of the Invention] The polyester composition for lubricating oils of this invention has a small viscosity down at the time of temperature up, and it has the outstanding lubricity which a film strength fall cannot start easily. it has the synergistic effect outstanding also as an oiliness improver of the conventional lubricating oil, and can be used as metalworking fluid, such as metaled cold rolling oil, cutting oil, grinding fluid, drawing working oil, and press working oil, or a metaled plastic—working oil — a high speed, the wear at the time of heavy load processing, breakage, and the surface — it is useful as a retardant of that and is.

[Translation done.]

## (19)日本国特許庁 (JP) (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号 特開2000-186292 (P2000-186292A)

(43)公開日 平成12年7月4日(2000.7.4)

| (51) Int.Cl.7    | 識別記号 | F I            | テーマコート*(参考) |
|------------------|------|----------------|-------------|
| C 1 0 M 133/16   |      | C 1 0 M 133/16 | 4H104       |
| 137/04           |      | 137/04         |             |
| 137/10           |      | 137/10         |             |
| // C 1 0 N 40:20 |      |                |             |

審査請求 未請求 請求項の数8 OL (全 8 頁)

| (21)出願番号   | 特願平10-364945            | (71)出願人       | 000000387            |
|------------|-------------------------|---------------|----------------------|
| <b>6-3</b> | <b></b>                 |               | 旭電化工業株式会社            |
| (22)出顧日    | 平成10年12月22日(1998.12.22) | (m4) (1188) ( | 東京都荒川区東尾久7丁目2番35号    |
|            |                         | (71)出願人       | 591175251            |
|            |                         |               | アデカ・ファインケミカル株式会社     |
|            | •                       |               | 東京都荒川区東尾久7丁目2番35号    |
|            |                         | (72)発明者       | 永井 真一                |
|            |                         |               | 東京都荒川区東尾久7丁目2番35号 旭電 |
|            |                         |               | 化工業株式会社内             |
|            |                         | (74)代理人       | 100057874            |
|            |                         |               | 弁理士 曾我 道照 (外7名)      |

最終頁に続く

#### (54) 【発明の名称】 金属加工油用添加剤及び金属加工油

#### (57)【要約】

【課題】 塩素を含有しない又は塩素の含有量が小さ く、かつ加工性能の優れた新規な金属加工油剤を提供す ること。

【解決手段】 エポキシ化脂肪酸アルキルエステルとア ミン化合物との反応物を含有してなる金属加工油用添加 剤、及びこれに更にリン酸エステル系酸性物質を含有し てなる金属加工油用添加剤を提供する。さらに、潤滑油 基油及びエポキシ化脂肪酸アルキルエステルとアミン化 合物との反応物を含有してなる金属加工油、及びこれに 更にリン酸エステル系酸性物質を含有してなる金属加工 油を提供する。

1

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 エポキシ化脂肪酸アルキルエステルとアミン化合物との反応物を含有してなる金属加工油用添加剤。

【請求項2】 エポキシ化脂肪酸アルキルエステルと2 種以上のアミン化合物との反応物を含有してなる請求項 1記載の金属加工油用添加剤。

【請求項3】 エポキシ化脂肪酸アルキルエステルとアミン化合物との反応物、及びリン酸エステル系酸性物質を含有してなる請求項1又は2記載の金属加工油用添加 10 剤。

【請求項4】 エポキシ化脂肪酸アルキルエステルが、 エポキシ化天然油脂脂肪酸アルキルエステルである請求 項1~3のいずれか1項に記載の金属加工油用添加剤。

【請求項5】 アミン化合物が、アルキルアミン又はアルキルアミン ポリオキシアルキレン付加物である請求項1~4のいずれか1項に記載の金属加工油用添加剤。

【請求項6】 リン酸エステル系酸性物質が、酸性リン酸エステル、酸性亜リン酸エステル、酸性チオリン酸エステルからなる群から選択される1種又は2種以上である請求項 $1\sim5$ のいずれか1項記載の金属加工油用添加剤。

【請求項7】 潤滑油基油及びエポキシ化脂肪酸アルキルエステルとアミン化合物との反応物を含有してなる金属加工油。

【請求項8】 潤滑油基油、エポキシ化脂肪酸アルキルエステルとアミン化合物との反応物及びリン酸エステル系酸性物質を含有してなる金属加工油。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、金属の切削、延伸等の加工時に使用する非塩素系の金属加工油用添加剤及びこれを含有する金属加工油に関する。

#### [0002]

【従来の技術】従来より金属の引抜き、伸線、切削、研 削、プレス等の金属加工に用いられる金属加工油は、一 般に動植物性油脂、鉱物油、合成油あるいはそれらの混 合した基油に、油性向上剤、極圧添加剤、防錆剤、乳化 剤、防腐剤、酸化防止剤などを加えて、そのままあるい は1~30%のエマルジョンとして使用されている。近 40 年、各種加工機械類の大型化、精密化ならびに金属材料 の硬度の上昇、加工条件の高速高圧力化、さらには製品 仕上げ面の精密化等のように、加工条件が益々苛酷にな っている。従来から使用されている加工油では、塩素化 パラフィンなどの塩素系極圧添加剤や硫化油脂、サルフ ァイド、チオカーボネートなどの硫黄系極圧剤、リン酸 エステルなどのリン系極圧剤が使用されており、過酷な 条件下では極圧剤がより重要な成分となってきている。 特に塩素系極圧剤は一般に硫黄系添加剤、リン系極圧剤 よりその加工性能が優れるため、広く使用されている。

しかしながら、近年、環境や安全性の面から塩素系添加 剤の使用に対する懸念が増大しており、塩素系の極圧剤 を含有しない金属加工油の開発が待たれている。

#### [0003]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、塩素を含有 しない又は塩素の含有量が小さく、かつ加工性能の優れ た新規な金属加工油用添加剤及びこれを含有する金属加 工油を提供することを目的とする。

#### [0004]

【課題を解決するための手段】本発明者らは上記の課題を解決すべく研究を重ねた結果、特定の反応生成物を使用することによって、また、好ましくは特定の酸性物質と併用することによる相乗効果によって、塩素系極圧剤を使用した場合と同等若しくはそれ以上の金属加工時の潤滑性能が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0005】すなわち、本発明は、エポキシ化脂肪酸アルキルエステルとアミン化合物との反応物を含有してなる金属加工油用添加剤、及びこれに更にリン酸エステル系酸性物質を含有してなる金属加工油用添加剤である。また、本発明は、潤滑油基油及びエポキシ化脂肪酸アルキルエステルとアミン化合物との反応物を含有してなる金属加工油であり、これに更にリン酸エステル系酸性物質を含有してなる金属加工油である。

#### [0006]

【発明の実施の形態】本発明の金属加工油用添加剤は、エポキシ化脂肪酸アルキルエステルと、アミン化合物との反応物を含有してなり、さらに必要に応じてこの反応物と共にリン酸エステル系酸性物質を含有してなる。本発明に使用するエポキシ化脂肪酸アルキルエステルは、脂肪酸のアルキル鎖、アルケニル鎖等にエポキシ環を導入したエポキシ化脂肪酸のアルキルエステルであり、エポキシ環の位置、脂肪酸の種類、アルキル基の種類等、特に限定されない。

【0007】ここで、エポキシ化脂肪酸アルキルエステ ルにおける、エポキシ化脂肪酸は、直鎖又は分枝の構造 の飽和又は不飽和二重結合を有するものであるが、エポ キシ環の位置、脂肪酸の種類等、特に限定されない。こ の脂肪酸の炭素数は4~24であることができるが、特 に好ましくは8~18である。このような脂肪酸として は、たとえば、エポキシ化カプリン酸、エポキシ化ラウ リン酸、エポキシ化ミリスチン酸、エポキシ化パルミチ ン酸、エポキシ化ステアリン酸、エポキシ化イコサン 酸、エポキシ化ベヘニン酸:エポキシ化オレイン酸:エポ キシ化リノール酸、エポキシ化リノレン酸、エポキシ化 - 12-ヒドロキシステアリン酸等を挙げることができ る。なかでもエポキシ化天然油脂脂肪酸は特に好ましく 用いることができ、その例としては、エポキシ化大豆油 脂肪酸、エポキシ化アマニ油脂肪酸、エポキシ化牛脂脂 肪酸、エポキシ化ナタネ脂肪酸、エポキシ化米糠油脂肪

3

酸等が挙げられる。

【0008】又、エポキシ化脂肪酸アルキルエステルにおけるアルキル基は、分枝を有することができ、その炭素数は例えば $1\sim8$ であることができ、特に好ましくは $1\sim4$ である。例えば、メチルエステル、エチルエステル、プロピルエステル、イソプロピルエステル、ブチルエステル、t-ブチルエステル、s-ブチルエステル、ペンチルエステル、t-ブナルエステル、t-ブチルエステル、t-ブチルエステル、t-ブチルエステル、t-ブチルエステル、t-ブチルエステル、t-ブチルエステル、t-ブチルエステル、t-ブチルエステル、t-ブチルエステル、t-ブチルエステル、t-ブナル、t-ブナルエステル、t-ブナル、t-ブナルエステル、t-ブルエステル、t-ブル、t-ブルエステル、t-ブル、t-ブル、t-ブルエステル、t-ブルエステル、t-ブルエステル、t-ブルエステル、t-ブルエステル、t-ブルエステル、t-ブルエステル、t-ブルエステル、t-ブルエステル、t-ブルエステル

【0009】アミン化合物は、種々の置換基を有することもある脂肪族アミン、芳香族アミン等であるが、置換基等は特に限定されない。このようなアミン化合物の代表的なものとして、例えば次の一般式(1)で表されるアミンを挙げることができる。

【0011】 [ここで、 $R^1$ は、直鎖状又は分枝状の炭素数 $1\sim24$ の、アルキル基、アルケニル基、アルカノール基、又はフェニル基、若しくは炭素数 $7\sim30$ のアルキルフェニル基を示し、 $R^2$ 、 $R^3$ は、互いに独立に水素、 $R^1$ と同義、又は、 $-(-R^4O-)_n-H$ (ここで $R^4$ は炭素数 $2\sim4$ のアルキレン基、nは $1\sim20$ の数を示す)を示す]

【0012】一般式(1)において、R<sup>1</sup>は、直鎖状又は分枝状の炭素数1~24の、アルキル基、アルケニル基、アルカノール基、又はフェニル基、若しくは炭素数 307~30のアルキルフェニル基を示す。このような置換基としては、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ブチレン基、ラウリル基、ミリスチル基、パルミチル基、ステアリル基、オレイル基、トリル基、キシリル基、メシチル基、オクチルフェニル基、ノニルフェニル基、ラウリルフェニル基等を挙げることができる。ただし、アルキル基又はアルケニル基が特に好ましい。

【0013】このような一般式(1)で表わされるアミン 化合物の例としては、以下のものを挙げることができ る。

①アルキルアミン(アルキル基は直鎖状でも分枝状でもあることができ、炭素数は1~24であり、特に8~18が好ましい):モノメチルアミン、モノエチルアミン、・モノプロピルアミン、・モノブチルアミン、・ジメチルアミン、・メチルエチルアミン、・ジエチルアミン、・メチルプロピルアミン、・ジプロピルアミン、・プロピルアミン、・プロピルブチルアミン、・ジブチルアミン、・ヘキシルアミン、・ラウリルアミン、、ステアリルアミン、・ジへキシルアミ

ン、ジラウリルアミン、ジステアリルアミンなど。

【0014】②アルケニルアミン(アルケニル基は直鎖状でも分枝状でもあることができ、炭素数は1~24であり、特に8~18が好ましい):モノブテニルアミン、モノペンテニルアミン、モノヘキセニルアミン、オレイルアミン、ジオレイルアミンなど。

【0015】③アルカノールアミン(アルカノール基は 直鎖状でも分枝状でもあることができ、炭素数は例えば  $1 \sim 24$ であり、特に $12 \sim 20$ が好ましい)、N-Pルキルアルカノールアミン(アルキル基、アルカノール 基は直鎖状でも分枝状でもあることができ、炭素数はそ れぞれ1~24であり、特に12~20が好ましい)、 又はアルキルアルコキシアミン (アルキル基は直鎖状で も分枝状でもあることができ、アルキル基の炭素数は例 えば1~24であり、特に8~18が好ましい。アルコ キシ基の炭素数は例えば1~4である。):モノメタノ ールアミン、モノエタノールアミン、モノプロパノール アミン、モノブタノールアミン、ジメタノールアミン、 メタノールエタノールアミン、ジエタノールアミン、メ タノールプロパノールアミン、エタノールプロパノール アミン、ジプロパノールアミン、メタノールブタノール アミン、エタノールブタノールアミン、プロパノールブ タノールアミン、ジブタノールアミン、ヒドロキシエチ ルヘキシルアミン、ヒドロキシエチルラウリルアミン、 ヒドロキシエチルステアリルアミン、ヒドロキシエチル オレイルアミン、ヒドロキシプロピルヘキシルアミン、 ヒドロキシプロピルラウリルアミン、ヒドロキシプロピ ルステアリルアミン、ヒドロキシプロピルオレイルアミ ンなど。

【0016】④アルキルフェニルアミン(アルキル基部 分は直鎖状でも分枝状でもあることができ、炭素数は1~24であり、特に8~12が好ましい): オクチルフェニルアミン、ノニルフェニルアミン、ラウリルフェニルアミンなど。

【0017】⑤アルキルアミンポリオキシアルキレン付加物(アルキル基部分は直鎖状でも分枝状でもあることができ、炭素数は1~24であり、特に8~18が好ましい。オキシアルキレンの炭素数は2~4であり、オキシアルキレンの平均重合度は1~20である。):ポリオキシエチレンラウリルアミン、ポリオキシエチレンオレイルアミン、ポリオキシエチレンへキシルアミン、ポリオキシプロピレンオレイルアミン、ポリオキシプロピレンステアリルアミン、ポリオキシプロピレンステアリルアミン、ポリオキシプロピレンステアリルアミン、ポリオキシプロピレンへキシルアミン等。

⑥およびこれらの混合物。なお、これらの中で、後述のようにアミンを2段階で反応させる場合は、1段目は⑤アルキルアミンポリオキシアルキレン付加物であることが望ましく、又アミンを1段階で反応させる場合は、①アルキルアミン又は⑤アルキルアミンポリオキシアルキ

レン付加物が好ましい。

【0018】エポキシ化脂肪酸エステルと アミン化合 物との反応は任意の公知の条件下でおこなうことができ る。例えば、適切な反応槽に 適切な量の エポキシ化脂 肪酸アルキルエステルとアミン化合物を仕込み、必要に 応じてアルカリ触媒等の触媒を加え、常圧又は減圧下で 温度を150~230℃に制御しつつ 緩やかに攪拌し ながら、2~10時間反応させることができる。

【0019】本発明の金属加工油用添加剤であるエポキ シ化脂肪酸エステルと アミン化合物との反応物は、エ ポキシ化脂肪酸エステルと アミン化合物との反応生成 物である反応物(A)の外に、この反応の途中又は反応の 終了後、アミン化合物を一級アミンに代えて、又はアミ ン化合物として一級アミンを追加して反応を行って得ら れる反応生成物である反応物(B)が含まれる。ここで使 用する一級アミンは特に限定されず、前記①~⑤のアミ ンの内の一級アミン型のもの及びそれらの混合物である ことができる。また、この2段目の反応も任意の公知の 条件下でおこなうことができる。例えば、適切な反応槽 に適切な量の前記反応物(A)と一級アミンを仕込み、 必要に応じてアルカリ触媒等の触媒を加え、減圧下で温 度を150~180℃に制御しつつ 緩やかに攪拌しな がら、3~5時間反応させることで得ることができる。

次の一般式(2)乃至(4)で表される化合物が包含され

【0022】 (式中、m<sup>1</sup>、m<sup>2</sup>はそれぞれ0又は任意の 自然数を示すが、 $0 \le m^1 + m^2 \le 20$ 特に好ましくは4  $\leq m^1 + m^2 \leq 8$  である。 $R^1$ は一般式(1)のそれと同義で ある。)

[
$$(L3)$$
]

 $CH_3 - (CH_2)_{n2} - CH - CH - (CH_2)_{n1} - C - NH - R^1$ 
(3)

【0024】 (式中、 $m^1$ 、 $m^2$ は一般式(2)のそれと同 義、R1は一般式(1)と同義である。)

[0025]

【化4】

$$CH_{3}-(CH_{2})_{n2}-CH-CH-(CH_{2})_{n1}-C-(OR^{4})_{n}-N-R^{1}$$

$$(4)$$

$$(R^{4}O)_{n}H$$

【0026】 (式中、m<sup>1</sup>、m<sup>2</sup>は一般式 (2) のそれと 同義であり、 $R^1$ 、 $R^4$ 、nは一般式(1)のそれと同義で ある。)

【0020】このような反応物(A)としては、例えば、

一般式(2)の化合物は、エポキシ化脂肪酸と1級アミ ンを仕込みモル比1:2付近で反応させたの反応物の一 例で、一般式(3)の化合物は、エポキシ化脂肪酸と1 級アミンを仕込みモル比1:1付近で反応させたの反応 物の一例である。また、一般式(4)の化合物は、エポ キシ化脂肪酸とアルキルアミンポリオキシアルキレン付 加物を反応させたものの一例である。また、本発明の反 応物(B)には、例えば、一般式(4)で表される化合物に 1級アミンを反応させて得られる一般式(5)で表される 化合物が包含される。

[0027]

【化5】

$$\begin{array}{c|c} OH & O \\ | & | \\ CH_3 - (CH_2)_{n2} - CH - CH - (CH_2)_{n1} - C - (OR^4)_n - N - R^1 \\ | & | \\ R^5NH_2 & (R^4O)_nH \end{array}$$
 (5)

【0028】 [式中、m<sup>1</sup>、m<sup>2</sup>は一般式(2)と同義、R R<sup>4</sup>、nは一般式(1)と同義であり、R<sup>5</sup>は、直鎖状 又は分枝状の炭素数1~24のアルキル基又はアルケニ ル基、又は、フェニル基、又は 炭素数7~30のアル キルフェニル基、又は、-(-R<sup>6</sup>O-)<sub>nl</sub>-H(ここでR<sup>6</sup>は 炭素数2~4のアルキル基、n1は1~20の数を示 す)を示す。]

【0029】これらの反応では、カルボン酸エステルの 50

部分の置換反応は、理論値の5~10割、好ましくは7 ~8割のアルコールが留出した時点で実用的に十分であ り、エポキシ環の開環はオキシラン酸素が理論値の5か ら10割、好ましくは6から8割の減少をした時点で実 用的に十分である。

【0030】本発明の金属加工油添加剤は、これら反応 物(A)又は(B)を有効成分として含有してなるが、 極圧剤として使用されるリン酸エステル系の酸性物質の

酸性をこれら反応物(A)又は(B)によって中和するように、この酸性物質と本発明の反応物(A)又は(B)とを混合して用いると、さらに良好な効果が得られる。

【0031】即ち、このような極圧剤として使用されるリン酸エステル系の酸性物質としては、酸性リン酸エステル、酸性亜リン酸エステル、酸性チオリン酸エステルからなる群から選択される1種又は2種以上を選択することができる。これらのリン酸エステル系酸性物質は強い酸性を有するが、この酸性を中和するように、例えば、上記リン酸エステル系酸性物質1モル当量に対し、本発明の反応物(A)又は(B)を0.7~1.3モル当量混合して用いることが好ましい。ここでいう酸性リン酸エステルとしては、下記の一般式(6)で表される化合物が、酸性チオリン酸エステルには一般式(7)で表される化合物が、また亜リン酸エステルには一般式(8)で表される化合物が、また亜リン酸エステルには一般式(8)で表される化合物が挙げられる。

[0032]

【化6】 〇H |

$$\begin{array}{c}
OH \\
| \\
R^7O - P - OR^8 \\
| \\
O
\end{array}$$
(6)

【0033】[式中、 $R^7$ ,  $R^8$ はそれぞれ独立に、水素、炭素数 $1\sim24$ の炭化水素基、又は直鎖状又は分枝状のアルキル基(炭素数 $1\sim24$ )を有するアルキルアリール基、又は $-(-R^9O-)_{n2}-R^{10}$ (ここで、 $R^9$ は炭素数 $1\sim3$ のアルキレン基、 $n^2$ は $1\sim20$ の数を示し; $R^{10}$ は,水素、炭素数 $1\sim3$ のアルキル基、又は直鎖状又 30は分枝状の炭素数 $1\sim24$ のアルキル基を有するアルキルアリール基を示す)を示し、互いに異なることも同じであることもできるが同時に水素になることはない。】

[0034]

【化7】

【0035】(式中、 $R^7$ ,  $R^8$ は一般式(6)と同義であり、 $X^1$  、 $X^2$  、 $X^3$  および $X^4$  は、それぞれ個別に、酸素原子又は硫黄原子を示すが、 $X^1$  、 $X^2$  、 $X^3$  および $X^4$ 全てが同時に酸素原子又は硫黄原子になることはない。)

[0036]

【化8】

$$\begin{array}{c}
H \\
\downarrow \\
P - OR^8 \\
\parallel \\
O
\end{array}$$
(8)

8

【0037】(式中、R<sup>7</sup>, R<sup>8</sup>は一般式(6)と同義である。)

【0038】本発明の金属加工油は、潤滑油基油に上記のエポキシ化脂肪酸とアミン化合物との反応物(A)又は反応物(B)或いはこれらの反応物と上記のリン酸エステル系酸性物質の混合物から選ばれる添加剤、更に必要に応じてその他の種々の添加剤を配合して構成される。これらの本発明の金属加工油添加剤は、一般に潤滑油基油に対して1~50重量%、好ましくは2~20重量%の割合で添加される。

【0039】本発明で使用する潤滑油基油は、特に限定されるものではなく、通常潤滑油の基油として使用されているものであれば鉱油系、合成系、油脂系を問わず使用することができる。鉱油系潤滑油基油としては、例えば、原油を常圧蒸留および減圧蒸留して得られた潤滑油留分を、溶剤脱れき、溶剤抽出、水素化分解、溶剤脱ろう、接触脱ろう、水素化精製、硫酸洗浄、白土処理等の精製処理などを適宜組み合わせて精製したパラフィン系、ナフテン系などの油が使用できる。

【0040】また、合成系潤滑油基油としては、例え ば、ポリブテン、1-オクテンオリゴマー、1-デセン オリゴマーなどのポリα-オレフィン;ドデシルベンゼ ン、メチルナフタレンなどのアルキルアリール;ジトリ デシルグルタレート、ジ2-エチルヘキシルアジペー ト、ジイソデシルアジペート、ジトリデシルアジペー ト、ジ2-エチルヘキシルセバケートなどのジアルキル エステル; トリメチロールプロパンカプリレート、トリ メチロールプロパンペラルゴネート、ペンタエリスリト ール2-エチルヘキサノエート、ペンタエリスリトール ペラルゴネートなどのポリオールエステル;ポリエチレ ングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリエチレ ングリコールポリプロピレングリコールブロックポリマ ー、ポリオキシエチレンメチルエーテル、ポリオキシエ チレンプロピルエーテル、ポリオキシエチレンブチルエ ーテル、ポリオキシプロピレンメチルエーテル、ポリオ キシプロピレンエチルエーテル、ポリオキシエチレンブ チルエーテル、などのポリオキシアルキレングリコー ル;ポリフェニルエーテルなどが使用できる。

【0041】また油脂系潤滑油基油としては、牛脂、豚脂、大豆油、菜種油、米ぬか油、ヤシ油、パーム油、パーム核油又はこれらの水素化物などが使用できる。なお、これらの鉱油系基油、合成系基油、又は油脂系基油は単独で使用してもよく、またこれらの中から選ばれる2種以上の基油を任意の混合割合で組み合わせて使用することもできる。なお、上記非塩素系基油に限らず、塩

10

素化パラフィン等の塩素系の基油に本発明の金属加工油 添加剤を混合しても、良好な効果が得られることは、同 様である。

【0042】また本発明の金属加工油においては、その他の通常使用される公知の各種添加剤を適切量配合することができる。例えば、油性剤、極圧剤、酸化防止剤、粘度指数向上剤、防錆剤、腐食防止剤、消泡剤、乳化剤等をあげることができる。

【0043】これらの公知の添加剤としては例えば、オレイン酸、ラード、ナタネ白絞油、ロート油、脂肪酸エロステル等の油性剤;硫化油、硫化脂肪酸、硫化オレフィン、ジアルキルポリサルファイド、塩素化脂肪酸エステル、塩素化パラフィン等の極圧剤;チオリン酸亜鉛、2、6ージーtーブチルーpークレゾール、フェニルーαーナフチルアミン、ジアルキルジフェニルアミン等の酸化防止剤;ポリメタクリレート、ポリイソプレン、オレフィン重合体等の粘度指数向上剤;カルボン酸、石油スルホネート等の防錆剤;ベンゾトリアゾール、ジアルキルジチオリン酸塩、チアジアゾール等の腐食防止剤;メチルシリコーン、フルオロシリコーン、ポリアクリレロトなどの消泡剤が使用することが出来る。これらのそま1

の他の添加剤は、その種類及びそれぞれの用途によって その添加量が異なる。

【0044】本発明の金属加工油は、通常の切削・研削加工、圧延加工、しごき加工、プレス加工(絞り加工、引き抜き加工、打ち抜き加工)などの種々の金属加工に使用でき、塩素系極圧剤を使用したものと同等若しくはそれ以上の優れた潤滑性能を発揮する。

#### [0045]

【実施例】以下、本発明の内容を実施例および比較例に よりさらに具体的に説明するが、本発明はこれらの内容 に何ら限定されるものではない。又、例中の%及び部は 特に注記の無い限り重量基準である。

#### 【0046】実施例1

エポキシ化ステアリン酸ブチル100gとオレイルアミン144gに、触媒としてナトリウムメチラート0.45gを加え、常圧下温度220℃で10時間反応させた。この時、理論値の85%のブチルアルコールが留出し、オキシラン酸素の60%が消失した。この反応によって、本発明の金属加工油添加剤 (A-1) を得た。

#### [0047]

#### 【表1】

| 番号  | エポキシ化脂肪酸アルキル   | アミン化合物  | 反応    |
|-----|----------------|---------|-------|
| 1   | エポキシ化ステアリン酸ブチル | オレイルアミン | 220°C |
| A-1 | 100g           | 144g    | 10時間  |

#### 【0048】実施例2

エポキシ化ナタネ脂肪酸ブチル100gとステアリルアミン・エチレンオキシド5モル付加物138.5gに、触媒としてナトリウムメチラート0.5gを加え、減圧 30下温度150℃で2時間反応させた。この時、理論値の95%のブチルアルコールが留出し、オキシラン酸素の10%が消失した。この反応によって、本発明の金属加表2

工油剤添加剤(A-2)を得た。得られた反応物(A-2)とさらにオレイルアミン84gとを減圧下温度150 $^{\circ}$ で更に3時間反応させた。この時、オキシラン酸素の90%が消失した。この反応によって、本発明の金属加工油剤添加剤(A-3)を得た。

[0049]

【表2】

| 番号  | エポキシ化脂肪酸アルキル                          | アミン化合物                            | 反応          | 1級アミン                  | 反応           |
|-----|---------------------------------------|-----------------------------------|-------------|------------------------|--------------|
| A-2 | ユホ <sup>®</sup> キシ化ナタネ脂肪酸フ*チル<br>100g | ステアリルアミン・エチレンオキシト*<br>5モルイナ加物 84g | 150℃<br>2時間 |                        |              |
| A-3 | Iポキシ化ナタネ脂肪酸プチル<br>100g                | ステアリルアミン・エチレンオキシト*<br>5モル付加物 84g  | 150℃<br>2時間 | オレイルアミン<br>8 <b>4g</b> | 150℃<br>3 時間 |

#### 【0050】実施例3

実施例1及び2で得られた金属加工油添加剤に、表3に 示すリン酸エステル等を混合し、ま2にこれを表3に示す 40 基油と混合して本発明の金属加工油を調製した。

[0051]

【表3】

| 番号  | 反応物       | リン酸エステル                                | 基油     |                 |
|-----|-----------|--|--------|-----------------|
| E-1 | A-1: 2.7g | す。リオキシェチレン (5モル) オレイルフ<br>オスフェート 2.3g  | 菜種油15g | 1号スピンドル油<br>80g |
| E-2 | A-1: 2.8  | ** リオキシェチレン (5モル) オレイルフ<br>オスファイト 2.2g | 菜種油15g | 1号スピンドル油<br>80g |
| E-3 | A-3: 3.2  | ポペリオキシェチレン (5モル) オレイルフ<br>オスフェート 1.8g  | 菜種油15g | 1号スピンドル油<br>80g |

11

【0052】比較例1

下記の表4、表5に示す組成により、基油にリン酸エステルとアミン又は塩素化パラフィンを混合し、表4、表

表4

5に示す比較品の金属加工油C-1~C-4を調製した。

12

[0053]

【表4】

| 番号   | アミン             | リン酸エステル                                    |        | 基油              |
|------|-----------------|--|--------|-----------------|
| C- 1 | オレイルアミン<br>2.1g | *゚リオキシエチレン (5モル<br>) オレイルフォスフェート 2<br>.9g  | 菜種油15g | 1号スピンドル油<br>80g |
| C-2  | オレイルアミン<br>2.2g | ** リオキシェチレン (5モル<br>) オレイルフォスファイト 2<br>.8g | 菜種油15g | 1号スピンドル油<br>80g |

[0054]

表5

【表5】

| 番号  | 添加剤                      |        | 基油              |
|-----|--------------------------|--------|-----------------|
| C-3 | 塩素化パラフィン(塩素50%)<br>5.0g  | 菜種油15g | 1号スピンドル油<br>80g |
| C-4 | 塩素化パラフィン(塩素50%)<br>10.0g | 菜種油15g | 1号スピンドル油<br>80g |

#### 【0055】 実施例4

得られた本発明の金属加工油E-1~E-3及び比較品の金属 20 加工油C-1~C-4について以下の項目について試験した。

【0056】①基油への溶解性:実施例3及び比較例1 において、基油へ各種添加剤を室温で混合した時の基油 への添加剤の溶解状態を目視で観察した。

②融着荷重試験を以下の試験装置で試験条件で行った。

試験装置:シェル式高速四球型試験機(ASTM D-2783)

試験条件:ASTM-D2783 (ボール; AISI No.E-52100、回転数; 1760±40rpm、試

験時間;10秒)

③タッピングトルクを以下の試験装置で試験条件で測定 した。

試験装置:タッピングトルク試験機

試験条件:9ップ; $OSGM10\times15$ 、9ップ回転数;70rpm(切削速度2.2m/mm)、被削材;機械構造用炭素鋼S45C、試験数;1試験油につき5回

これらの試験の結果を表6に示す。

[0057]

【表6】

| 番号  | E-1  | E-2  | E-3  | C-1 | C-2  | C-3  | C-4  |
|---|------|------|------|-----|------|------|------|
| A-1   | 2.7  | 2.8  |      |     |      |      |      |
| A-3   |      |      | 3.2  |     |      |      |      |
| ポリオキシエチレン(5モル)オレ<br>イルフォスフェート                 | 2.3  |      | 1.8  | 2.9 |      |      |      |
| ま <sup>。</sup> りオキシエチレン (5モル) オレ<br>イルフォスファイト |      | 2.2  |      |     | 2.8  |      |      |
| オレイルアミン                                       |      |      |      | 2.1 | 2.2  |      |      |
| 塩素化パラフィン                                      |      |      |      |     |      | 5    | 10   |
| 菜種油   | 15   | 15   | 15   | 15  | 15   | 15   | 15   |
| 一号スピンドル油                                      | 80   | 80   | 80   | 80  | 80   | 80   | 75   |
| 溶解性   | 浴解   | 溶解   | 溶解   | 不溶  | 溶解   | 溶解   | 溶解   |
| 融着荷重 kg                                       | 200  | 200  | 251  | _   | 158  | 158  | 200  |
| タッヒ°ンク*トルク N・m                                | 7.23 | 7.26 | 6.87 | -   | 7.56 | 7.52 | 7.38 |

【0058】C-1の金属加工油は基油にほとんど溶解しないため、融着荷重、タッピングトルクの測定が出来なかった。このように本発明の金属加工油剤は良好な溶解性を有し、塩素系金属加工油剤を用いた場合と同等ないしそれ以上の潤滑性能を有する。

#### [0059]

【発明の効果】本発明の金属加工油添加剤は塩素を含まず、塩素系添加剤のような環境等への問題が生ずることがなく、しかもこれらと同等又はそれ以上の優れた潤滑特性を有する。

フロントページの続き

(72) 発明者 要藤 誠

東京都荒川区東尾久7丁目2番35号 旭電化工業株式会社内

(72) 発明者 神保 八起

東京都荒川区東尾久7丁目2番35号 旭電化工業株式会社内

F ターム(参考) 4H104 BB30R BE02R BE04R BE05R BE07R BE11C BH02C BH03C BH06C DA02A EB02 LA20 PA21

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2000-186292

(43) Date of publication of application: 04.07.2000

(51)Int.Cl.

C10M133/16 C10M137/04 C10M137/10 // C10N 40:20

(21)Application number: 10-364945

(71) Applicant: ASAHI DENKA KOGYO KK

ADEKA FINE CHEMICAL KK

(22) Date of filing:

22.12.1998

(72)Inventor: NAGAI SHINICHI

YODO MAKOTO JINBO KAZUKI

# (54) ADDITIVE FOR METAL WORKING OIL AND METAL PROCESSING OIL

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a metal working oil free of chlorine or reduced in the chlorine content and, simultaneously, excellent in processing performance.

SOLUTION: A metal working oil containing a reaction product of an epoxidized fatty acid alkyl ester and an amine compound, a metal working oil thereof additionally containing a phosphate ester based acidic substance, a metal working oil containing a lubricating oil base oil and a reaction product of an epoxidized fatty acid alkyl ester and an amine compound, and a metal processing oil thereof additionally containing a phosphate ester based acidic substance are provided.

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

#### **CLAIMS**

[Claim(s)]

[Claim 1]An additive agent for metalworking fluid containing a reactant of epoxidation aliphatic alkylester and an amine compound.

[Claim 2] The additive agent for metalworking fluid containing a reactant of epoxidation aliphatic alkylester and two or more sorts of amine compounds according to claim 1.

[Claim 3]A reactant of epoxidation aliphatic alkylester and an amine compound, and the additive agent for metalworking fluid containing phosphoric ester system acid according to claim 1 or 2.

[Claim 4]An additive agent for metalworking fluid given in any 1 paragraph of claims 1-3 whose epoxidation aliphatic alkylester is epoxidation natural oil fat aliphatic alkylester.

[Claim 5]An amine compound is alkylamine or alkylamine. An additive agent for metalworking fluid given in any 1 paragraph of claims 1-4 which are polyoxyalkylene additions.

[Claim 6]An additive agent for metalworking fluid of claim 1-5 which is one sort chosen from a group which phosphoric ester system acid becomes from alkyl acid phosphate, acid phosphite, and acid thiophosphoric ester, or two sorts or more given in any 1 paragraph.

[Claim 7] Metalworking fluid containing a reactant of lubricant base oil and epoxidation aliphatic alkylester, and an amine compound.

[Claim 8] Metalworking fluid containing a reactant and phosphoric ester system acid of lubricant base oil, epoxidation aliphatic alkylester, and an amine compound.

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

### DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention] [0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the metalworking fluid containing the non-chlorine additive agent for metalworking fluid and this which are used at the time of processing of metaled cutting, extension, etc.

[0002]

[Description of the Prior Art]The metalworking fluid conventionally used for metal processing, such as drawing out of metal, wire drawing, cutting, grinding, and a press, Generally, an oiliness improver, an extreme pressure additive, a rust-proofer, an emulsifier, an antiseptic, an antioxidant, etc. are added, and it remains as it is to "plant and animal oil fat, straight mineral oil, synthetic oil, or those mixed base oil, or is used for them as 1 to 30% of an emulsion. In recent years, processing conditions are increasingly crueller like the rise of the hardness of enlargement of various process machinery, elaboration, and a metallic material, the formation of high-speed high pressure force of processing conditions, and also the elaboration of a product machined surface. In the working oil currently used from the former, the Lynn system extreme pressure agents, such as sulfur-systems extreme pressure agents, such as chlorine-based extreme pressure additives, such as a chlorinated paraffin, sulfurized oil fat, sulfide, and thio carbonate, and phosphoric ester, are used, and an extreme pressure agent is becoming a more important ingredient under a severe condition.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]An object of this invention is to provide the metalworking fluid containing the new additive agent for metalworking fluid and this which did not contain chlorine, or the content of chlorine was small and were

Since the machining performance is generally superior to a sulfur-systems additive agent and the Lynn system extreme pressure agent, especially the chlorine-based extreme pressure agent is used widely. However, the concern over use of a chlorine-

waits for development of the metalworking fluid which does not contain the extreme

based additive agent is increasing from the field of environment or safety, and it

pressure agent of a chlorine system in recent years.

excellent in machining performance. [0004]

[Means for Solving the Problem] As a result of repeating research that above—mentioned SUBJECT should be solved, this invention persons by using a specific resultant, It finds out equivalent to a case where a chlorine—based extreme pressure agent is used, or that lubrication performance at the time of metal processing beyond it is obtained according to a synergistic effect by using together with desirable specific acid, and came to complete this invention.

[0005] That is, this inventions are an additive agent for metalworking fluid containing a reactant of epoxidation aliphatic alkylester and an amine compound, and an additive agent for metalworking fluid which contains phosphoric ester system acid further in this. This invention is the metalworking fluid containing a reactant of lubricant base oil and epoxidation aliphatic alkylester, and an amine compound, and is metalworking fluid which contains phosphoric ester system acid further in this.

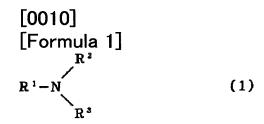
## [0006]

[Embodiment of the Invention] The additive agent for metalworking fluid of this invention contains epoxidation aliphatic alkylester and a reactant with an amine compound, and contains the phosphoric ester system acid with this reactant if needed further. The epoxidation aliphatic alkylester used for this invention is alkylester of the epoxidation fatty acid which introduced the epoxy ring into the alkylesian of fatty acid, the alkenyl chain, etc., and the position of an epoxy ring, the kind of fatty acid, the kind of alkyl group, etc. are not limited in particular.

[0007] Although epoxidation fatty acid in epoxidation aliphatic alkylester has the saturation or the unsaturated double bond of structure of a straight chain or branching here, the position of an epoxy ring, the kind of fatty acid, etc. are not limited in particular. Although the carbon numbers of this fatty acid can be 4–24, it is 8–18 especially preferably. As such fatty acid, for example Epoxidation capric acid, epoxidation lauric acid, Epoxidation myristic acid, epoxidation pulmitic acid, epoxidation stearic acid, epoxidation icosanoic acid, epoxidation behenic acid; epoxidation oleic acid; epoxidation linolic acid, epoxidation linolenic acid, epoxidation—12–hydroxystearic acid, etc. can be mentioned. Especially, epoxidation natural oil fatt fatty acid can be used especially preferably, and epoxidized—soybean—oil fatty acid, epoxidation linseed—oil fatty acid, epoxidation beef tallow fatty acid, epoxidation rapeseed fatty acid, epoxidation rice—bran—oil fatty acid, etc. are mentioned as the example.

[0008] The alkyl group in epoxidation aliphatic alkylester can have branching, and the carbon number can be 1–8, and is 1–4 especially preferably. For example, they are methyl ester, ethyl ester, propyl ester, isopropyl ester, butylester, t-butylester, s-butylester, pentyl ester, hexyl ester, etc.

[0009] Although it is also a certain fatty amine, aromatic amine, etc. that an amine compound has various substituents, a substituent in particular is not limited. As a typical thing of such an amine compound, the amine expressed with the following general formula (1), for example can be mentioned.



[0011][-- here --  $R^1$  -- the alkyl group of the carbon numbers 1-24 of straight chain shape or the letter of branching. An alkenyl group, an alkanol group, a phenyl group, or the alkylphenyl group of the carbon numbers 7-30 is shown, and  $R^2$  and  $R^3$  mutually-independent Hydrogen,  $R^1$  and homonymy, Or] which shows -(- $R^4$ O-) -H

(as for the alkylene group of the carbon numbers 2-4, and n, R<sup>4</sup> shows the number of 1-20 here)

[0012]In a general formula (1), R<sup>1</sup> shows the alkyl group, the alkenyl group, alkanol group or phenyl group of the carbon numbers 1–24 of straight chain shape or the letter of branching, or the alkylphenyl group of the carbon numbers 7–30. As such a substituent, for example A methyl group, an ethyl group, a propyl group, A butyl group, a butylene group, a lauryl group, the Millis Chill group, a palmityl group, a stearyl group, an oleyl group, a tolyl group, a xylyl group, a mesityl group, an octyl phenyl group, a nonylphenyl group, a lauryl phenyl group, etc. can be mentioned. However, an alkyl group or especially an alkenyl group is preferred.
[0013]The following can be mentioned as an example of an amine compound

[0013] The following can be mentioned as an example of an amine compound expressed with such a general formula (1).

\*\* Alkylamine (the alkyl group can also be straight chain shape or a letter of branching, and) :monomethylamine in which carbon numbers are 1-24 and especially 8-18 are preferred, Monoethyl amine, monopropyl amine, monobutyl amine, dimethylamine, Methylethyl amine, diethylamine, methylpropyl amine, ethyl propylamine, Dipropyl amine, methylbutyl amine, an ethyl butylamine, a propyl butylamine, dibutyl amine, hexylamine, lauryl amine, stearylamine, dihexyl amine, dilauryl amine, distearyl amine, etc.

[0014]\*\* Alkenyl amine (the alkenyl group can also be straight chain shape or a letter of branching, and carbon numbers are 1-24 and especially 8-18 are preferred): monobutenyl amine, monopentenyl amine, monopentenyl amine, oleylamine, dioleoyl amine, etc.

[0015]\*\* Alkanolamine (the alkanol group can also be straight chain shape or a letter of branching, and) carbon numbers are 1–24 and especially 12–20 are preferred — N-alkyl alkanolamine (an alkyl group.) The alkanol group can also be straight chain shape or a letter of branching, and carbon numbers are 1–24, respectively, Especially 12–20 are preferred, or it is alkyl alkoxy amine (the alkyl group can also be straight chain shape or a letter of branching, and carbon numbers of an alkyl group are 1–24, and especially 8–18 are preferred.). Carbon numbers of an alkoxy group are 1–4.:

[ Monomethanol amine, ] Monoethanolamine, mono- propanolamine, monobutanol amine, Dimethanol amine, methanol ethanolamine, diethanolamine, Methanol propanolamine, ethanol propanolamine, dipropanolamine, Methanol butanol amine, ethanol butanol amine, propanol butanol amine, Dibutanolamine, hydroxyethyl hexylamine, hydroxyethyl amine, Hydroxyethyl stearylamine, hydroxypropyl hexylamine, hydroxypropyl lauryl amine, hydroxypropyl stearylamine, hydroxypropyl oleylamine, etc.

[0016]\*\* Alkyl phenylamine (the alkyl group portion can also be straight chain shape or a letter of branching, and carbon numbers are 1–24 and especially 8–12 are preferred): octyl phenylamine, nonylphenyl amine, lauryl phenylamine, etc. [0017]\*\* Alkylamine polyoxyalkylene addition (the alkyl group portion can also be straight chain shape or a letter of branching, and carbon numbers are 1–24 and especially 8–18 are preferred.) Carbon numbers of oxyalkylene are 2–4, and average degrees of polymerization of oxyalkylene are 1–20. : [Polyoxyethylene lauryl amine, ] Polyoxyethylene oleylamine, polyoxyethylene stearylamine, Polyoxyethylene hexylamine, polyoxypropylene RARURIRU amine, polyoxypropylene oleylamine, polyoxypropylene stearylamine, polyoxypropylene hexylamine, etc.

\*\* And these mixtures. As for the 1st step, when making amine react in two steps like the after-mentioned in these, it is desirable that it is \*\* alkylamine polyoxyalkylene addition, and when making amine react in one step, \*\* alkylamine or \*\* alkylamine polyoxyalkylene addition is preferred.

[0018]Epoxidation fatty acid ester A reaction with an amine compound can be performed under arbitrary publicly known conditions. To for example, a suitable reaction vessel Suitable quantity While preparing epoxidation aliphatic alkylester and an amine compound, adding catalysts, such as an alkali catalyst, if needed and controlling temperature by the bottom of ordinary pressure or decompression at 150–230 \*\* It can be made to react for 2 to 10 hours, stirring gently.

[0019]Epoxidation fatty acid ester which is an additive agent for metalworking fluid of this invention A reactant with an amine compound, Epoxidation fatty acid ester A reactant (B) which is a resultant acquired besides a reactant (A) which is a resultant with an amine compound by reacting by replacing an amine compound with primary amine after an end of a reaction in the middle of this reaction, or adding primary amine as an amine compound is contained. Primary amine in particular used here cannot be limited, but can be things and those mixtures primary amine type [ of the amine of the aforementioned \*\* - \*\*]. The 2nd step of this reaction can also be performed under arbitrary publicly known conditions. While, teaching said reactant (A) and primary amine of a suitable quantity for a suitable reaction vessel for example, adding catalysts, such as an alkali catalyst, if needed and controlling temperature by the bottom of decompression at 150–180 \*\* It can obtain by making it react for 3 to 5 hours, stirring gently.

[0020]As such a reactant (A), a compound expressed with the following general formula (2) thru/or (4) is included, for example.
[0021]

[Formula 2]

$$\begin{array}{cccc}
0H & 0 \\
| & | & | \\
CH_1-(CH_2)_{az}-CH-CH-(CH_2)_{az}-C-NH-R^1 & (2)
\end{array}$$

[0022]although m and m show 0 or arbitrary natural numbers among a formula, respectively --  $0 \le m^1 + m^2 \le 20$  -- it is  $4 \le m^1 + m^2 \le 8$  especially preferably.  $R^1$  is synonymous with it of a general formula (1). [0023]

[Formula 3]

$$CH_{3}-(CH_{2})_{m2}-CH-CH-(CH_{2})_{m1}-C-NH-R^{1}$$
(3)

[0024](It of a general formula (2), homonymy, and R<sup>1</sup> of m<sup>1</sup> and m<sup>2</sup> are synonymous with a general formula (1) among a formula.) [0025]

[Formula 4]

$$\begin{array}{c}
CH_{5} - (CH_{2})_{n2} - CH - CH - (CH_{2})_{n1} - C - (OR^{4})_{n} - N - R^{1} \\
0 & (R^{4}O)_{n}H
\end{array}$$
(4)

[0026](m<sup>1</sup> and m<sup>2</sup> are synonymous with it of a general formula (2) among a formula, and  $R^1$ ,  $R^4$ , and n are synonymous with it of a general formula (1).) A compound of a general formula (2) is an example of a making [ taught epoxidation fatty acid and the 1st class amine, and / react in the mole-ratio 1:2 neighborhood ] reactant, and a compound of a general formula (3) is an example of a making [ taught

epoxidation fatty acid and the 1st class amine, and / react in the mole-ratio 1:1 neighborhood] reactant. A compound of a general formula (4) is an example of a thing which made an alkylamine polyoxyalkylene addition react to epoxidation fatty acid. A compound expressed with a general formula (5) produced by for example making the 1st class amine react to a compound expressed with a general formula

(4) is included by reactant (B) of this invention. [0027]

[Formula 5]

OH

OH

OH

$$CH_3 - (CH_2)_{n2} - CH - CH - (CH_2)_{n1} - C - (OR^4)_n - N - R^1$$
 $R^5 NH_2$ 
 $(5)$ 

[0028]A general formula (2), homonymy, R<sup>1</sup>, R<sup>4</sup>, and n of m<sup>1</sup> and m<sup>2</sup> are synonymous

number of 1-20 here) is shown. ]

with a general formula (1) among [type, and  $R^5$ , the alkyl group of the carbon numbers 1-24 of straight chain shape or the letter of branching, an alkenyl group, or a phenyl group — or — The alkylphenyl group of the carbon numbers 7-30 or –(-  $R^6$ O-)  $_{n1}$ -H (as for the alkyl group of the carbon numbers 2-4 and  $n^1$ ,  $R^6$  shows the

[0029]In these reactions, a substitution reaction of a portion of carboxylate, When [ of a theoretical value ] 70 to 80 percent of alcohol distills preferably 5 to one hundred percent, it is enough practical, and ring breakage of an epoxy ring is enough practical, when oxirane oxygen carries out 6 to 80 percent of reduction preferably one hundred percent from 5 of a theoretical value.

[0030]A metalworking fluid additive agent of this invention contains these reactants (A) or (B) as an active principle, and although, If the reactant (A) or (B) of this acid and this invention is mixed and used so that these reactants (A) or (B) may neutralize the acidity of acid of a phosphoric ester system used as an extreme pressure agent, a still better effect will be acquired.

[0031]That is, one sort chosen from a group which consists of alkyl acid phosphate, acid phosphite, and acid thiophosphoric ester as acid of a phosphoric ester system used as such an extreme pressure agent, or two sorts or more can be chosen. Although these phosphoric ester system acid has strong acidity, it is preferred to carry out 0.7–1.3 mol-equivalent mixing, and to use the reactant (A) or (B) of this invention to the 1 mol equivalent above-mentioned phosphoric ester system acid, so that this acidity may be neutralized. As alkyl acid phosphate here, a compound by which a compound by which a compound expressed with the following general formula (6) is expressed with a general formula (7) to acid thiophosphoric ester is expressed with a general formula (8) to phosphite again is mentioned.

[0033]Independently  $R^7$  and  $R^8$  among [type, respectively Hydrogen, the hydrocarbon group of the carbon numbers 1–24, Or alkyl aryl group [ which has an alkyl group (carbon numbers 1–24) of straight chain shape or the letter of branching ], or –(–  $R^9O$ –)  $_{n2}$ – $R^{10}$  (here) The alkylene group of the carbon numbers 1–3 and  $R^9$ ,

and the number of 1-20;R<sup>10</sup>, the alkyl aryl group which has an alkyl group of the carbon numbers 1-24 of hydrogen, the alkyl group of the carbon numbers 1-3, straight chain shape, or the letter of branching — being shown — it is shown, and although differing mutually can also be the same, it does not become hydrogen

[0035](although  $R^7$  and  $R^8$  are synonymous with a general formula (6) among a formula and  $X^1$ ,  $X^2$ ,  $X^3$ , and  $X^4$  show an oxygen atom or a sulfur atom individually, respectively --  $X^1$ ,  $X^2$ ,  $X^3$ , and  $X^4$  — all do not become an oxygen atom or a sulfur atom simultaneously.) [0036]

[0037](R<sup>7</sup> and R<sup>8</sup> are synonymous with a general formula (6) among a formula.) [0038]The additive agent chosen from the reactant (A) of the above-mentioned epoxidation fatty acid and an amine compound, reactants (B) or these reactants, and the mixture of the above-mentioned phosphoric ester system acid, and also if needed, the metalworking fluid of this invention blends other various additive agents with lubricant base oil, and is constituted. Generally the metalworking fluid additive agent of these this inventions is preferably added at 2 to 20% of the weight of a rate one to 50% of the weight to lubricant base oil.

[0039] The lubricant base oil in particular used by this invention is not limited, and if usually used as base oil of a lubricating oil, it can be used regardless of a mineral oil system, a constructional system, and a fats-and-oils system. As mineral-lubricating-oil base oil, a crude oil, for example atmospheric distillation and the lubricating oil fraction produced by carrying out distillation under reduced pressure, Oils refined combining suitably purification treatment, such as solvent deasphalting, solvent extraction, hydrocracking, solvent dewaxing, contact dewaxing, hydrorefining, sulfuric acid treatment, and clay treatment, etc., such as paraffin series and a naphthene system, can be used.

[0040]As constructional system lubricant base oil, for example Polybutene, 1-octene oligomer, Poly alpha olefins, such as 1-decene oligomer; Dodecylbenzene, Alkyl aryl, such as methylnaphthalene; A ditridecyl GURUTA rate, A JI 2-ethylhexyl horse mackerel peat, di-isodecyl adipate, a ditridecyl horse mackerel peat, Dialkyl ester, such as JI 2-ethylhexyl sebacate; A trimethylolpropane KAPURI rate, Trimethylolpropane pelargonate, pentaerythritol 2-ethylhexanoate, Polyol esters, such as pentaerythritol pelargonate; A polyethylene glycol, A polypropylene glycol, polyethylene-glycol polypropylene-glycol block polymer, Polyoxyethylene methyl

ether, polyoxyethylene propyl ether, Polyoxy alkylene glycol, such as polyoxyethylene

butyl ether, polyoxypropylene methyl ether, polyoxypropylene ethyl ether, and polyoxyethylene butyl ether; a polyphenyl ether etc. can be used.

[0041]As fats-and-oils system lubricant base oil, beef tallow, lard, soybean oil, oleum rapae, rice-bran oil, palm oil, palm oil, palm kernel oil, or these hydrides can be used. Such mineral oil system base oil, constructional system base oil, or fats-and-oils system base oil can also be used combining two or more sorts of base oil which may use it alone and is chosen from these with the arbitrary mixing ratio. Even if it mixes a metalworking fluid additive agent of this invention to base oil of chlorine systems, such as not only the above-mentioned non-chlorine base oil but a chlorinated paraffin, it is same that a good effect is acquired.

[0042]In metalworking fluid of this invention, suitable quantity combination of the other various publicly known additive agents by which normal use is carried out can be carried out. For example, an oily agent, an extreme pressure agent, an antioxidant, a viscosity index improver, a rust-proofer, corrosion inhibitor, a defoaming agent, an emulsifier, etc. can be raised.

[0043]As these publicly known additive agents, for example, oleic acid, lard, rapeseed refined oil, Oily agents, such as turkey red oil and fatty acid ester; Sulfurized oil, sulfuration fatty acid, olefin sulfide, Extreme pressure agents, such as dialkyl polysulfide, chlorination fatty acid ester, and a chlorinated paraffin; Zinc thiophosphorate, 2,6-di-t-butyl-p-cresol, phenyl-alpha-naphthylamine, Antioxidants, such as dialkyl diphenylamine; Polymethacrylate, Viscosity index improvers, such as polyisoprene and an olefin polymer; Carboxylic acid, Rust-proofers, such as petroleum sulfonate; defoaming agents, such as corrosion inhibitor; methyl silicone, such as benzotriazol, a dialkyl phosphorodithioate salt, and thiadiazole, fluorosilicone, and polyacrylate, can be used. An additive agent of these others differs in the addition by the kind and each use.

[0044] Metalworking fluid of this invention can be used for various metal processing, such as the usual cutting and grinding process, strip processing, ironing, and press working of sheet metal (spinning, drawing processing, punching processing), is equivalent to what uses a chlorine-based extreme pressure agent, or demonstrates outstanding lubrication performance beyond it.

## [0045]

[Example]Hereafter, although an example and a comparative example explain the contents of this invention still more concretely, this invention is not limited to these contents at all. % in an example and a part are weight references as long as there are no notes especially.

[0046]0.45 g of sodium methylate was added to 100 g of example 1 epoxidation butyl stearate, and 144 g of oleylamine as a catalyst, and it was made to react to them at the bottom temperature of ordinary pressure of 220 \*\* for 10 hours. At this time, 85% of butyl alcohol of the theoretical value distilled, and 60% of oxirane oxygen disappeared. By this reaction, the metalworking fluid additive agent (A-1) of this invention was obtained.

[0047]

## [Table 1]

表 1

| 番号  | エポキシ化脂肪酸アルキル   | アミン化合物        | 反応    |
|-----|----------------|---------------|-------|
|     | エポキシ化ステアリン酸プチル | オレイルアミン       | 220°C |
| A-1 | 100g           | 1 <b>44</b> g | 10時間  |

[0048]0.5 g of sodium methylate was added to 100 g of example 2 epoxidation rapeseed fatty acid butyl, and 5 mol of stearylamine ethylene oxide addition 138.5g as a catalyst, and it was made to react to them at the bottom temperature of decompression of 150 \*\* for 2 hours. At this time, 95% of butyl alcohol of the theoretical value distilled, and 10% of oxirane oxygen disappeared. By this reaction, the metal working fluid additive agent (A-2) of this invention was obtained. 84 g of oleylamine was made to react to the obtained reactant (A-2) at the bottom temperature of decompression of 150 \*\* further for further 3 hours. 90% of oxirane oxygen disappeared at this time. By this reaction, the metal working fluid additive agent (A-3) of this invention was obtained.

## [0049]

## [Table 2]

表 2

| ſ | 番号          | エポキシ化脂肪酸アルネル                          | アミン化合物                              | 反応          | 1級アミン          | 反応          |
|---|-------------|---------------------------------------|-------------------------------------|-------------|----------------|-------------|
|   | <b>A</b> −2 | エポ <sup>®</sup> キシ化ナタネ脂肪酸フ*チル<br>100g | ステアリルアミン・エチレンオキシト*<br>5モルイナカロ・物 84g | 150℃<br>2時間 | -              |             |
|   | A-3         | エポ <sup>®</sup> キシ化ナタネ脂肪酸フ*チル<br>100g | ステアリルアミン・エチレンオキシト*<br>5モルイナ加物 84g   | 150℃<br>2時間 | オレイルアミン<br>84g | 150℃<br>3時間 |

[0050]On the metalworking fluid additive agent obtained in <u>example 3</u> Examples 1 and 2, the phosphoric ester etc. which are shown in Table 3 were mixed, and also this was mixed with the base oil shown in Table 3 on it, and the metalworking fluid of this invention was prepared on it.

## [0051]

## [Table 3]

表3

| 番号  | 反応物           | リン酸エステル                               |        | 基油              |
|-----|---------------|---------------------------------------|--------|-----------------|
| E-1 | A-1: 2.7g     | す。りオキシエチレン (5モル) オレイルフ<br>オスフェート 2.3g | 菜種油15g | 1号スピンドル油<br>80g |
| E-2 | A-1: 2.8      | **リオキシエチレン (5モル) オレイルフ<br>オスファイト 2.2g | 菜種油15g | 1号スピンドル油<br>80g |
| E-3 | A-3: 3.2<br>g | お°リオキシエチレン (5モル) オレイルフ<br>オスフェート 1.8g | 菜種油15g | 1号スピンドル油<br>80g |

[0052]With the presentation shown in Table 4 of the <u>comparative example 1</u> following, and Table 5, phosphoric ester, amine, or a chlorinated paraffin was mixed to base oil, and the metalworking fluid C-1 to C-4 of the comparison article shown in Table 4 and Table 5 was prepared.

## [0053]

[Table 4]

表4

| 番号  | アミン             | リン酸エステル                                      | 基油     |                 |
|-----|-----------------|--|--------|-----------------|
| C-1 | オレイルアミン<br>2.1g | <b>ポリオキシエチレン(5モル</b><br>)オレイルフォスフェート2<br>.9g | 菜種油15g | 1号スピンドル油<br>80g |
| C-2 | オレイルアミン<br>2.2g | ***リオキシエチレン (5モル<br>) オレイルフォスファイト 2<br>.8g   | 菜種油15g | 1号スピンドル油<br>80g |

## [0054]

[Table 5]

表 5

| 番号  | 添加剤                       |        | 基油              |  |
|-----|---------------------------|--------|-----------------|--|
| C-3 | 塩素化パ°ラフィン(塩素50%)<br>5.0g  | 菜種油15g | 1号スピンドル油<br>80g |  |
| C-4 | 塩素化パラフィン (塩素50%)<br>10.0g | 菜種油15g | 1号スピンドル油<br>80g |  |

[0055]It examined about the following items [ which were obtained example 4 / the metalworking fluid E-1 to E-3 of this invention and the metalworking fluid C-1 to C-4 of a comparison article ].

[0056]\*\* Solubility to base oil: in Example 3 and the comparative example 1, the solution state of the additive agent to base oil when various additive agents are mixed at a room temperature to base oil was observed visually.

\*\* The weld load test was done by the test condition with the following test equipments.

Test equipment: Shell type high-speed walk type testing machine (ASTM D-2783) Test condition: ASTM-D2783 (ball; AISI No.E-52100, number-of-rotations;1760\*\*40rpm, test time; 10 seconds)

\*\* Tapping torque was measured by the test condition with the following test equipments.

test equipment: — tapping torque testing machine test condition: — the result of an examination of these is shown in Table 6 5 times per tap;OSG M10x15, tap number—of-rotations;70rpm (cutting speed of 2.2 m/mm), and work material; machinery structural-carbon-steel S45C, and test number;1 test oil.

[0057]

[Table 6]